(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号 特開2002-173661 (P2002-173661A)

(43)公開日 平成14年6月21日(2002.6.21)

(51) Int.Cl.7	識別記号	FΙ	テーマコート*(参考)
C 0 9 J 183/07		C 0 9 J 183/07	2H036
183/05		183/05	2H043
183/08		183/08	2H047
G 0 2 B 5/18		G02B 5/18	2H049
6/00	3 0 6	6/00	306 4J040
	審査請求	未請求 請求項の数16 OL	(全 14 頁) 最終頁に続く
(21)出廢番号	特顧2001-275920(P2001-275920)	(71)出顧人 000004008	
		日本板硝子株式	·- · · ·
(22)出願日	平成13年9月12日(2001.9.12)		央区北浜四丁目7番28号
		(72)発明者 中村 浩一郎	
(31)優先権主張番号	特願2000-277995(P2000-277995)	大阪市中央区道	修町3丁目5番11号 日本
(32)優先日	平成12年9月13日(2000.9.13)	板硝子株式会社	内
(33)優先権主張国	日本 (JP)	(72)発明者 堀 雅宏	
		大阪市中央区道	修町3丁目5番11号 日本
		板硝子株式会社	内
		(74)代理人 100069084	
		弁理士 大野	精市
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 接着剤組成物およびそれを用いた光学装置

(57)【要約】

【課題】 耐熱性にすぐれ、硬化における泡の発生を減 じ、泡などによる白濁などの欠点を生じない接着剤を提 供する。

【解決手段】 (A)分子中にケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケール基を2個有し、1000以上の分子量を有するオルガノポリシロキサン、(B)分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有しかつ1000以上の分子量を有するオルガノハイドロジェンポリシロキサン、(C)白金系触媒、ならびに、(D) 1 分子中にケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケール基を少なくとも3個有しかつ1000未満の分子量を有する有機ケイ素化合物、または1分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも3個有しかつ1200未満の分子量を有する有機環状ケイ素化合物を含有する接着剤組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の成分(A)、(B)、(C)およ び(D)を含有する接着剤組成物。

ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケ ニル基を1分子中に2個有しかつ1,000以上の分子 **量を有するオルガノポリシロキサン、(B) ケイ素原** 子に結合した水素原子を1分子中に少なくとも2個有し かつ1,000以上の分子量を有するオルガノハイドロ ジェンポリシロキサン、(C)白金系触媒、ならびに

ル基を1分子中に少なくとも3個有しかつ1,000未 満の分子量を有する有機ケイ素化合物(D-1)および ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に少なくとも 3個有しかつ1,200未満の分子量を有する有機環状 ケイ素化合物(D-2)よりなる群から選ばれる少なく とも一方。

【請求項2】 前記(A)成分含有量中のアルケニル基 および前記(D-1)成分含有量中のアルケニル基の合 計総個数に対して、0.4~6.0倍の個数の前記水素 原子が前記(B)成分および前記(D-2)成分中に含 20 有されており、そして前記(C)成分は、 前記(A) 成分、前記(B)成分および前記(D)成分の合計重量 に対して、10~1,000ppm含有されており、そ して前記(D)成分は前記(A)成分および前記(B) 成分の合計重量に対して、0.1~40重量%含有され ている請求項1記載の接着剤組成物。

【請求項3】 前記(D)成分は3~8個のケイ素原子 を有するオリゴマー体である請求項1または2記載の接 着剤組成物。

前記(D-1)成分がボロンビニルジ 【請求項4】 メチルシロキシド、ヘキサビニルジシロキサン、メタク リロキシプロビルトリス(ビニルジメチルシロキシ)シ ラン、オクタビニル – T 8 –シルセスキオサン、ペンタ ビニルペンタメチルシクロペンタシロキサン、テトラア リロキシシラン、テトラアリルシラン、テトラキス(2 - メタクリロキシエトキシ) シラン、テトラキス (ビニ ルジメチルシロキシ)シラン、1,1,3,3-テトラ ビニルジメチルジシロキサン、テトラビニルシラン、 1, 3, 5, 7ーテトラビニルー1, 3, 5, 7ーテト ラメチルシクロテトラシラザン、1,3,5,7ーテト ラビニルー1,3,5,7ーテトラメチルシクロテトラ シロキサン、トリス(ビニルジメチルシロキシ)メチル シラン、トリス(ビニルジメチルシロキシ)フェニルシ*

* ラン、トリビニルクロロシラン、トリビニルエトキシシ ラン、トリビニルメトキシシラン、トリビニルメチルシ ラン、1, 3, 5ートリビニルー1, 1, 3, 5, 5ー ペンタメチルトリシロキサン、トリビニルシラン、1, 3,5-トリビニル-1,3,5-トリメチルシクロト リシラザンまたは1,3,5-トリビニル-1,3,5 - トリメチルシクロトリシロキサンである請求項 1 また は2記載の接着剤組成物。

【請求項5】 前記 (D-2) 成分がヒドロ-T8-シ (D)ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケニ 10 ルセスキオキサン、オクタキス(ジメチルシロキシ)-T8-シルセスキオキサン、メチルヒドロシクロシロキ サン、ペンタメチルシクロペンタシロキサン、フェニル ヒドロシクロシロキサン、1、3、5、7-テトラメチ ルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラエ チルシクロテトラシロキサンまたは1,3,5,7-テ トラエチル-2,4,6,8-テトラメチルシクロテト ラシラザンである請求項1または2記載の接着剤組成 物。

【請求項6】 前記 (D-1) 成分が1,3,5-トリ ビニルー1,3,5-トリメチルシクロトリシロキサン または1, 3, 5, 7ーテトラビニルー1, 3, 5, 7 ーテトラメチルシクロテトラシロキサンであり、そして 前記 (D-2) 成分が1, 3, 5, 7-テトラエチルシ クロテトラシロキサンまたは1,3,5,7-テトラメ チルシクロテトラシロキサンである請求項1または2記 載の接着剤組成物。

【請求項7】 前記 (A) 成分は、25℃において、1 0 0 ~2 5 0,0 0 0 c S の粘度を有する請求項 1 ~ 6 のいずれか1項に記載の接着剤組成物。

【請求項8】 請求項1~7のいずれか1項記載の接着 剤組成物を用いて光部品を接合してなる光学装置。

【請求項9】 少なくとも2個の光学的に透明な光部品 を、請求項1~7のいずれか1項記載の接着剤組成物を 硬化させてなる光学的に透明な接着層で接着してなる光 学装置であって、前記接着層の屈折率の値が前記少なく とも2個の光学的に透明な光部品の屈折率の値に近似す るように調節されていることを特徴とする光学装置。

【請求項10】 互いに隣接する2個の前記光部品の屈 折率がそれぞれnュおよびn゛(ただしnュ≧n゛)であ 40 るとき、前記2個の光部品の間の前記接着層は、下記式 1で表される屈折率n,を有する請求項9記載の光学装 置。

【数1】

 $\sqrt{(n_1 \cdot n_2) - ((\sqrt{(n_1 \cdot n_2) - n_2})/3) - 0.05} \le n_3 \le \sqrt{(n_1 \cdot n_2) + ((n_1 - \sqrt{(n_1 \cdot n_2)})/3) + 0.05}$ \cdots (1)

【請求項11】 互いに隣接する2個の前記光部品の屈 折率がそれぞれnュおよびnュ(ただしnュ≧nょ)であ るとき、前記2個の光部品の間の前記接着層が、下記式※

※2で表される屈折率n,を有する請求項9記載の光学装 置。

【数2】

 $\sqrt{\ (n_1 \cdot n_2 \) - ((\sqrt{\ (n_1 \cdot n_2 \) - n_2 \)/4}) - 0.03} \leq n_3 \leq \sqrt{\ (n_1 \cdot n_2 \) + ((n_1 - \sqrt{\ (n_1 \cdot n_2 \))/4}) + 0.03}$

. . . (2)

40

【請求項12】 前記各光部品は、光ファイバ、レン ズ、フィルタ、光導波路、回折格子または光アクティブ 素子である請求項8~11のいずれか1項記載の光学装

【請求項13】 隣接する前記光部品の内の1個が光フ ァイバであり、他の1個がレンズ、フィルタまたは光導 波路である請求項8~12のいずれか1項記載の光学装

【請求項14】 隣接する前記光部品の内の2個がとも に光ファイバである請求項8~12のいずれか1項記載 10 の光学装置。

【請求項15】 前記光部品はガラス、プラスチック ス、金属または有機無機複合材からなる請求項8~14 のいずれか1項記載の光学装置。

【請求項16】 前記各光部品はガラスからなる請求項 8~14のいずれか1項記載の光学装置。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、接着剤組成物およ びそれの硬化物である光学的に透明な接着層で光部品を 20 接着してなる光学装置に関する。

[0002]

【従来の技術】近年、インターネットの普及により、通 信容量を増大させる技術の重要性が増している。これら の光ファイバ通信システムに用いられる光部品、光学素 子の組立に用いられる接合技術については、高い信頼性 とともに、精密な屈折率の整合性(光路接合用)、精密 な位置精度(レンズなどの接合用)、高耐熱性(半田耐 熱、真空成膜時の耐熱性)などの特性が必要とされてい る。これまで光部品の組立については、半田付け、レー ザ溶接、アクリルやエポキシ樹脂などの有機接着剤が用 いられたり、ゾルゲル法などによる有機無機複合材料に よる接着剤が提案されてきた。(i) Proceedings of t he 48th ECTC, 1178頁~1185頁、1998年に は、フッ素化あるいは硫黄含有のエポキシ接着剤、エボ キシアクリル接着剤が提案されている。また(ii) Jo urnal of Non-Crystalline Solids80卷、557頁~ 563頁、1986年、あるいは(i i i) Intl. Cong r. On Glass429頁~436頁、1986年には、ゾ ルゲル法による有機無機接着剤について記載されてい る。(iv)特開昭62-297369(特許登録番号 1829914)には、アルコキシドと金属塩から成る ゾルゲル接着剤を用いた光学素子、(V) 日本国特許登 録番号2786996には、珪酸塩とアルコキシドから なる接着剤を用いたプリズムについて開示されている。 更に(vi)米国特許5991493には有機無機複合 接着剤、例えばポリジメチルシロキサン、メチルトリエ トキシシランおよびフェニルトリフルオロシランからな るゾルを加水分解反応させた接着剤を用いた光学素子が 開示されている。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】ところがこのような光 部品用の接合技術や接着剤については、次のような問題 点が挙げられていた。

【0004】半田付け、レーザ溶接などの方法は、固定 位置精度が不十分であったり、レーザ光源や高度な技術 が必要であった。またエポキシ接着剤やアクリル接着剤 (i)は、250℃以上の耐熱性(半田耐熱)に劣って いた。アルコキシドや金属塩を用いる接着剤(ii~v i)は、加水分解反応で生じるアルコールや脱水反応で 生成する水が加熱硬化の最中にガス化するため、レンズ などの光部品の接合で泡が残ったり、白濁したり、十分 な接着が得られないという課題があった。

【0005】本発明の目的は、上記のような不具合点を 改善し、耐熱性にすぐれ、硬化における泡の発生を減 じ、泡などによる白濁などの欠点を生じない、光部品の 組立、接合に適用できる接着剤、およびそれを使用して 光部品を接着してなる光学装置を提供することにある。 [0006]

【課題を解決するための手段】本発明は、下記(A)、 (B)、(C) および(D) 成分を含有する接着剤組成 物である。

(A)ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケニ ル基を1分子中に2個有しかつ1,000以上の分子量 を有するオルガノポリシロキサン、(B) ケイ素原子 に結合した水素原子を1分子中に少なくとも2個有しか つ1,000以上の分子量を有するオルガノハイドロジ ェンポリシロキサン、(C)白金系触媒、ならびに

(D)ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケニ ル基を1分子中に少なくとも3個有しかつ1,000未 満の分子量を有する有機ケイ素化合物(D-1)および ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に少なくとも 3個有しかつ1,200未満の分子量を有する有機環状 ケイ素化合物(D-2)よりなる群から選ばれた少なく とも一方。

【0007】本発明の接着剤組成物について説明する。 本発明の接着剤組成物を構成する(A)成分は分子中に アルケニル基を2個有するオルガノポリシロキサンであ り、その各アルケニル基はケイ素原子に直接結合しそし て4個以下の炭素を有する。(A)成分中のシロキサン 骨格は直鎖状、分枝状または環状のいずれでもよく、こ れらの混合物であってもよい。炭素数が4以下のアルケ ニル基としては、例えばビニル基、ビニロキシ基、アリ ル基、アリロキシ基、アクリル基、アクリロキシ基、メ タクリル基、メタクリロキシ基、1-ブテニル基などが 合成の容易さから、好ましく、この中でもビニル基がよ り好ましい。アルケニル基以外のケイ素原子に結合する 置換基としては、例えばメチル基、エチル基、プロビル 基、ブチル基、ヘキシル基、ドデシル基などのアルキル 50 基、フェニル基などのアリール基、2-フェニルエチル

基、2-フェニルプロビル基などのアラルキル基、クロ ロメチル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基など の置換炭化水素基などが挙げられる。これらは単独であ るいは2種以上組み合わせて使用される。 これらのう ち、合成が容易で、硬化後に必要な物理的・機械的特性 を得るための重合度が容易に得られること、耐熱性が得 られること、屈折率が調節できることなどの観点から、 メチル基、フェニル基および3,3,3-トリフルオロ プロビル基よりなる群から選ばれる少なくとも1種の置 換基を有することが好ましい。前記(A)成分は、付加 10 末端ビニル基ジフェニルシロキサン-ジメチルシロキサ 反応型の硬化性ポリオルガノシロキサンのベースポリマ ーとなるものであり、(A)成分中のケイ素原子に結合 する全有機基のうち、0.04モル%以上がアルケニル 基であることが好ましい。(A)成分の粘度は特に限定 されないが、25℃において100cS以上であること

*は、250,000cS以下であることが好ましい。ま た前記(A)成分はその分子量が小さ過ぎると、粘性が 低くなって塗布性が悪くなるので、1000以上の分子 量を有する。好ましくは2000以上の分子量を有し、 更に好ましくは5000以上の分子量を有する。

【0008】(A)成分としては、例えば下記式1で表 される両末端ビニル基のジメチルシロキサンポリマー、 下記式(2)で表されるビニルメチルシロキサンージメ チルシロキサンコポリマー、下記式(3)で表される両 ンコポリマー、下記式(4)で表される両末端ビニル基 **メチルトリメチルプロビルシロキサンジメチルシロキサ** ンを挙げるととができる。

[0000] 【化1】

 $(cccm = 2 \sim 300, n = 2 \sim 150)$

【0011】本発明に用いられる(B)成分のポリオル ガノハイドロジェンシロキサンは、(A)成分のアルケ ニル基を含有するポリオルガノシロキサンとの付加反応 により、接着層を構成する基本骨格を形成するために必 要なもので、1分子当たりケイ素原子に結合した水素原 子を少なくとも2個有し、かつ1000以上の分子量を 50 ルキル基、クロロメチル基、3、3、3ートリフルオロ

CH₃

有する有機ケイ素化合物である。直鎖状ケイ素化合物が 好ましく用いられる。(B)成分中の、水素原子以外に ケイ素原子に結合する有機基は、例えばメチル基、エチ ル基、プロビル基、ブチル基、ヘキシル基、ドデシル基 などのアルキル基、フェニル基などのアリール基、2-フェニルエチル基、2-フェニルプロピル基などのアラ 10

プロビル基などの置換炭化水素基などが挙げられる。と れらは単独であるいは2種以上組み合わせて用いられ る。これらのうち、合成が容易で、硬化後に必要な物理 的・機械的特性を得るための重合度が容易に得られると と、耐熱性を有すること、屈折率を調節できることなど の観点から、メチル基、フェニル基、3、3、3-トリ フルオロプロピル基よりなる群から選ばれる少なくとも 1種の置換基を有することが好ましい。また前記(B) 成分はその分子量が小さ過ぎると、粘性が低くなって塗 布性が悪くなるので、1000以上の分子量を有する。

* に示すH末端ポリジメチルシロキサン化合物、下記式 (6) で示されるメチルHシロキサンージメチルシロキ サンコポリマー化合物、下記式(7)で示されるポリフ ェニル(ジメチルHシロキサン)シロキサンH末端化合 物、下記式(8)で示されるメチルトリフロオロプロピ ルシロキサン (ジメチルシロキサン) コポリマー、ポリ メチルHシロキサン化合物、ポリエチルHシロキサン化 合物、メチルHシロキサンーフェニルメチルシロキサン コポリマー化合物などが挙げられる。

[0013]

【化5】

 $(CCCm = 2 \sim 100, n = 2 \sim 50)$

【0016】本発明の接着剤組成物に用いられる白金系 触媒((C)成分)としては、例えば白金 -シロキサ ン錯体、白金-オレフィン錯体、白金-(β-ジケト ン) 錯体、白金-アゾ錯体などを挙げることができる。 具体的には、白金カルボニルビニルメチル錯体、白金ー ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体、白金ーシクロ ビニルメチルシロキサン錯体、白金-オクチルアルデヒ ド/オクタノール錯体などが好ましく用いられる。白金 系触媒の添加量は、(A)成分、(B)成分および

40 の範囲で用いられる。この添加量は適度の硬化速度を維 持し、かつ適度のボットライフを有せしめるので、好ま しい。

【0017】次に本発明の接着剤組成物に用いられる

- (D) 成分について説明する。本発明における (D) 成 分は、(A)成分のアルケニル基を含有するポリオルガ ノシロキサンと、(B) 成分のハイドロジェンポリオル ガノシロキサンの付加反応により形成された接着層の物 理的・機械的強度を向上させるために加えられる。
- (D)成分は3次元的なネットワークを形成する架橋剤 (D)成分の合計重量に対して、10~1000ppm 50 として働くため、1分子当たり3個以上の反応活性点を

有することが必要である。この反応活性点とは、共有結合、配位結合、イオン結合、πーπ結合、双極子ー双極子結合などの結合を提供できる部位のことを示す。これらの中でも、成分(A)と成分(B)の反応部位である、アルケニル基、水素原子と反応する部位を有することが好ましい。(D)成分は、ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケニル基を1分子中に少なくとも3個有しかつ1000未満の分子量を有する有機ケイ素化合物(D-1)およびケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に少なくとも3個有しかつ1200未満の分子 10量を有する有機環状ケイ素化合物(D-2)の少なくとも一方からなる。これらは優れた耐熱性を有する。

9

(D)成分はその分子量が大き過ぎると、粘性が高くなって、塗布性が悪くなるので、(D-1)成分および(D-2)は、それぞれ1000未満の分子量および1200未満の分子量を有する。好ましくは、(D-1)成分および(D-2)は、それぞれ700以下の分子量および1100以下の分子量を有する。(D)成分が(D-1)成分である場合、(D-1)成分中の各アルケニル基は少なくとも3分子の(B)成分中の1つの水素原子と反応して結合し、接着層の内部で3次元的なネットワークを形成するかなめとなる。(D)成分が(D-2)成分である場合も同様に、(D-2)成分中の各水素原子は少なくとも3分子の(A)成分中の1つのアルケニル基と反応して結合する。

【0018】 (D-1) 成分としては、例えばそれぞれ 1 分子にアルケニル基を 3 個以上含有する、シロキサン 化合物、シラン化合物、シラザン化合物を挙げることが できる。3個のビニル基を有しかつ1000未満の分子 量を有するものとして、例えばトリス (ビニルジメチル 30 シロキシ)メチルシラン(分子量:346.72)、ト リス (ビニルジメチルシロキシ) フェニルシラン (分子 量:408.78)、トリビニルクロロシラン(分子 量:144.67)、トリビニルエトキシシラン(分子 量:154.37)、トリビニルメトキシシラン(分子 量:140.25)、トリビニルメチルシラン(分子 量:124.26)、1,3,5-トリビニル-1, 1,3,5,5-ベンタメチルトリシロキサン(分子 量:272.57)、トリビニルシラン(分子量:11 0. 22)、1,3,5-トリビニル-1,3,5-ト リメチルシクロトリシラザン(分子量:255.5 4)、1、3、5-トリビニル-1、3、5-トリメチ ルシクロトリシロキサン(分子量:258.50)、メ タクリロキシプロピルトリス(ビニルジメチルシロキ シ)シラン(分子量:458.85)およびボロンビニ ルジメチルシロキシド(分子量:314.41);4個 以上のビニル基を有しかつ1000未満の分子量を有す るものとして、例えばテトラキス(ビニルジメチルシロ キシ) シラン (分子量:432.88)、1,1,3, 3 – テトラビニルジメチルジシロキサン(分子量:34

0.72)、テトラビニルシラン(分子量:136.2 7)、1,3,5,7ーテトラビニルー1,3,5,7 - テトラメチルシクロテトラシラザン(分子量:34 0.72)、1、3、5、7-テトラピニル-1、3、 5、7-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子 量:344.66)、オクタビニル-T8-シルセスキ オサン(分子量:633.04)、ペンタビニルペンタ メチルシクロペンタシロキサン(分子量:430.8. 2) およびヘキサビニルジシロキサン(分子量:23 4. 45);3個以上のアリル基、アリロキシ基または メタクリロキシ基を有しかつ1000未満の分子量を有 するものとして、例えばテトラアリロキシシラン(分子 量:256.37)、テトラアリルシラン(分子量:1 92.37) およびテトラキス(2-メタクリロキシエ トキシ) シラン (分子量:544.66) をそれぞれ挙 げることができる。

【0019】(D-2)成分としては、それぞれ1分子 に活性水素原子を3個以上含有する環状シロキサン化合 物および環状シラザン化合物を挙げることができる。例 えば、ヒドローT8-シルセスキオキサン(分子量42 4.74、水素数8個)、オクタキス (ジメチルシロキ シ)-T8-シルセスキオキサン(分子量1017.9 8、水素数8個)、メチルヒドロシクロシロキサン(分 子量240~360、水素数3~5個)、ペンタメチル シクロベンタシロキサン(分子量300.64、水素数 5個)、フェニルヒドロシクロシロキサン(分子量36 6.58~488.78、水素数3~4個)、テトラエチ ルシクロテトラシロキサン(分子量296.61、水素 数4個)、1,3,5,7-テトラエチル-2,4, 6,8-テトラメチルシクロテトラシラザン(分子量3 48.78、水素数4個)、1,3,5,7-テトラメ チルシクロテトラシロキサン(分子量240.51、水 素数4個)、1,3,5-トリメチルシクロトリシロキ サン (分子量180.38、水素数3) を挙げることが できる。なお括弧の中の水素数はケイ素に結合した水素 原子の数を示す。

[0020] とれらの(D) 成分の含有率は、(A) 成分および(B) 成分の合計量に対して、0.1重量%から40重量%であることが接着層の機械的強度および耐環境成を向上させるために好ましく、0.5重量%から25重量%であることが更に好ましい。

【0021】また接着剤組成物中の(A)成分、(B)成分、(D-1)成分、および(D-2)成分の含有量は、前記(A)成分含有量中のアルケニル基および前記(D-1)成分含有量中のアルケニル基の合計総個数に対して、0.4~6.0倍、より好ましくは0.6~4.0倍の個数の前記水素原子が前記(B)成分および前記(D-2)成分中に含有されることが好ましい。【0022】これらの(D)成分の中で、3~8個のケ

[UU22] C41500 (D) 成分の中で、3 3 0 回の 7 50 イ素原子を有するオリゴマー体が、(1)上記(A)成 分、(B)成分および(C)成分との相溶性が良好であ ること、(2) 沸点が高いので接着層内に泡が発生しに くくまた外部にガスを放出しにくいこと、および (3) 耐熱性が高いという理由で、好ましく用いられる。そし て、(D-1)成分として、1,3,5-トリビニル-1, 3, 5-トリメチルシクロトリシロキサンおよび 1, 3, 5, 7-テトラビニル-1, 3, 5, 7-テト ラメチルシクロテトラシロキサンのような3~8個のケ イ素原子を有する環状オリゴマー体が特に好ましく用い られる。(D-2)成分として、1,3,5,7-テト 10 ラエチルシクロテトラシロキサン(分子量296.6 1)、1,3,5,7-テトラエチルシクロテトラシロ キサンおよび1,3,5,7-テトラメチルシクロテト ラシロキサンのような3~8個のケイ素原子を有する環 状オリゴマー体が特に好ましく用いられる。

【0023】本発明の接着剤組成物を用いて接合する接 着体としては、例えばガラス、プラスチック、金属など の無機材料、有機材料、有機無機複合材料のいづれにつ いても接着性の向上した接着層を提供するが、あらかじ め接着剤組成物と接触する接着体の表面にプライマー層 20 いに隣接する2個の前記光部品の屈折率がそれぞれn, を形成しておいてもよい。プライマー層を形成すること により、界面剥離による接着性の低下を改善することが できる。これらのプライマー層を形成する化合物として は、例えば1分子内に少なくとも1個の硫黄原子を有しか つケイ素原子に結合したアルコキシ基を少なくとも2個 有する含硫黄アルコキシシラン化合物、1分子内に少な *

*くとも1個の窒素原子を有しかつケイ素原子に結合した アルコキシ基を少なくとも2個有する含窒素アルコキシ シラン化合物、1分子内に少なくとも1個のエポキシ基を 有しかつケイ素原子に結合したアルコキシ基を少なくと も2個有する含エポキシアルコキシシラン化合物などの シランカップリング剤およびそれらの加水分解・脱水縮 合化合物を挙げることができる。

【0024】本発明の接着剤組成物は、機械的・物理的 強度、耐環境性、耐熱性に優れた接着層を提供し、また ポリシロキサン骨格の有機基を選ぶことにより屈折率を 調整できるため光部品の接合に好適に用いられる。2個 以上の光部品の光路や光路以外の接合あるいは光部品と は異なる用途に用いることができる。

【0025】本発明の接着剤組成物が、2個以上の光部 品の光路に使用される場合、前記(A)、(B)、

(D) 各成分の各含有量を、前記接着層の屈折率の値が 前記少なくとも2個の光学的に透明な光部品の屈折率の 値に近似するように調節することにより、結合損失の小 さい光学装置を提供することができる。具体的には、互 およびn、(ただしn,≥n、)であるとき、その隣接 する光部品の間の前記接着層が下記式(1)で表される 屈折率n,を有することが好ましい。更に好ましくは、 この接着層が下記式(2)で表される屈折率n,を有す ることが好ましい。

【数3】

 $\sqrt{(n_1 \cdot n_2) - ((\sqrt{(n_1 \cdot n_2) - n_2)/3}) - 0.05 \le n_3} \le \sqrt{(n_1 \cdot n_2) + ((n_1 - \sqrt{(n_1 \cdot n_2))/3}) + 0.05}$ $\cdot \cdot (1)$

【数4】

 $\sqrt{(n_1 \cdot n_2) - ((\sqrt{(n_1 \cdot n_2) - n_2)/4}) - 0.03} \le n_3 \le \sqrt{(n_1 \cdot n_2) + ((n_1 - \sqrt{(n_1 \cdot n_2))/4}) + 0.03}$ $\cdot \cdot (2)$

【0026】例えば、光ファイバ同士を接合する場合、 各光ファイバのコアの屈折率を1.45とすれば、上記 式(1)では、1.40≤n,≤1.50となり、上記 式(2)では1.42≦n,≦1.48となる。このよ うに屈折率を整合することにより、光伝搬損失の少ない 光学装置が得られる。また光ファイバの他の光部品、例 えば、レンズ、フィルタ、光導波路、回折格子、光アク ティブ素子についても、同様に屈折率を整合するととに より、光伝撽損失の少ない光学装置が得られる。

【0027】次に本発明の光部品について説明する。本 発明の対象となる光部品としては、例えば光ファイバ、 レンズ、フィルタ、光導波路、回折格子、光アクティブ 素子を挙げることができる。また光ファイバそしてはシ ングルモード光ファイバ、マルチモード光ファイバが挙 げられる。レンズについては、屈折率分布レンズ、球面 レンズ、非球面レンズ、平凸レンズなどを例示できる。 光フィルタについては、誘電体多層膜からなる狭帯域フ ィルタ、バンドパスフィルタ、偏光フィルタなどを例示 できる。光導波路については、シングルモード光導波

路、マルチモード光導波路およびこれらの光導波路に、 周期的に屈折率を変調させたブラッグ回折格子を有する ものを例示できる。これらの光部品を構成する材料とし ては、例えばガラス材料、プラスチック材料、金属、有 機無機複合材料が挙げられる。

【0028】上記光部品を構成する材料は1.5 x 10 - * / C以下の線膨張率を有することが好ましい。基材の 線膨張率が1.5x10⁻゚/℃を超えると、例えばポリ 40 プロピレン (9~15 x10°/°C) のような高い熱膨張 係数を有するプラスチックス製光部品の場合、接着剤付 与後の加熱過程において光部品と接着層との界面で剥離 したり、接着層に亀裂を生じることがあるからである。 通常の無機ガラスは1.5 x 10⁻¹/℃以下の線膨張率 を有する。また光部品の少なくとも接着すべき表面は酸 化物であることが好ましい。もしこの被接着表面が酸化 物でない場合、接着層の成形過程において付着強度が下 がり、場合によっては被接着表面と接着層が界面で剥離 を生じるからである。好ましい基材の材質の例として、 50 珪酸塩系ガラス、ホウ酸系ガラス、リン酸系ガラス等の 酸化物ガラス、石英、セラミックス、エポキシ樹脂、ガラス繊維強化ポリスチレンなどを挙げることができる。 金属はそのままでは本発明の接着層で接合しないが、予め金属の表面を酸化剤で処理しておくと接合するので被接着部品として使用することができる。

13

【0029】これらの光部品を組み立てる場合、第1の 光部品と第2の光部品の間に、光学的に透明な本発明の 接着剤組成物を配置、充填、または展開した後、硬化さ せて所定の強度を有する結合部を形成することができ る。接着剤の硬化については、硬化触媒の量を増やすと 10 とにより、数分で硬化する接着剤組成物が得られる。ま た、硬化触媒の量を減らすことにより、数時間のポット ライフを有する接着剤組成物を得ることができる。また 必要に応じて、加熱処理することにより、硬化時間を短 縮することができる。また反応遅延剤、硬化促進剤など を必要に応じて、全量の40%以下、好ましくは30% 以下添加してもよい。反応遅延剤、硬化促進剤を添加す ることにより、硬化時間を自由にコントロールできる。 また補強剤を添加することにより、強度を向上すること ができる。補強剤としては、有機微粒子や無機微粒子が 20 挙げられる。耐熱性の観点から無機微粒子が好ましい。 無機微粒子としては、シリカ、チタニア、アルミナ、ジ ルコニア、セリア、炭酸カルシウムなどを例示できる。 これらの補強剤の添加量は、40重量%以下が好まし く、20重量%以下がより好ましい。これらの補強剤の 粒子径は、接着層の透明性を確保するために、1 μm以 下が好ましく、0.5μm以下がより好ましい。また添 加する補強剤の屈折率は、マトリクスの屈折率と実質的 に等しくすることが、透明性の観点から好ましい。

[0030]

【発明の実施の形態】[実施例]

[光部品]

(光ファイバ) ガラス製シングルモード光ファイバ (クラッド直径 120μ m、コア直径: 10μ m、コアの屈折率:1.46、クラッドの屈折率:1.44) を用意した。

(レンズ) ガラス製マイクロレンズ(日本板硝子株式会社製「セルフォックマイクロレンズSMC18」、直径:1.8mm、長さ:4.43mm(0.23ピッチ、中心部の屈折率:1.590、分布係数g=0.326、1ピッチ(=2π/g)=19.27mm)を用意した。

(曲面レンズ) ガラス製マイクロレンズ (日本板硝子株式会社製「セルフォックマイクロレンズLBP20」、 直径:2.0mm、長さ:約1.5mm(NA=0.3)を用意した。

【0031】 (フィルタ)酸化ケイ素(屈折率: 1.46)、酸化チタン(屈折率: 2.1)をガラス基板(屈折率: 1.46)の片側表面に交互に積層したバンドバスフィルタを用意した。

14

(光導波路) アクリロキシプロビルトリメトキシシランを0.1 N塩酸で加水分解したシリカ原料液とジルコニウムテトラブトキシドを等モルのアクリル酸で処理したジルコニア原料を、SiとZrの比率が1:1になるように混合した液組成物に光ラジカル発生剤を総量に対し3重量%添加して光導波路形成用液を得た。これを8μmのシリカ膜を成膜したシリコン基板(その端部に光ファイバ固定用V字溝を形成してある)に、スピンコート法で塗布し、80℃で10分熱処理した後、ホトマクスを介して高圧水銀ランプ(10mWで15秒)で導波路部分を露光した。未露光部分をイソプロバノールで溶解除去した。ケイ素とジルコニウムの比率が1.2:1になるように混合した液組成物をその上に塗布し、乾燥して、埋め込み型導波路を得た。

【0032】(導波路型回折格子)上記光導波路に2光東干渉露光法によりブラッググレーティングを形成し、 導波路型回折格子を得た。以上の光部品の関係部位の屈 折率値を表1にまとめて示す。

【0033】[接着剤組成物の調製]

(A) 成分---末端ビニルポリジメチルシロキサン (粘度: 1,000cS、分子量:28,000、「VPD MS」と略称)、およびビニル末端ジフェニルシロキサンージメチルシロキサンコポリマー(粘度:5,000cS、分子量:35,300「VDPhS-DMS」と略称)

(B) 成分---メチルHシロキサン-ジメチルシロキサンコポリマー(粘度:25~35cS、分子量:約2,000、「MHS-DMS」と略称) およびメチルトリフロオロプロピルシロキサン(ジメチルシロキサン) コポリマー(分子量:約2000、「MTFPS」と略称)

30 (C)成分---白金-ジビニルテトラメチルジシロキ サン錯体

(D-1) 成分---1、3、5、7-テトラビニル-1、3、5、7-テトラメチルシクロテトラシロキサン (分子量:344.66、「TVTMSTS」と略称)、1、 3、5-トリビニル-1、3、5-トリメチルトリシロ キサン (分子量:258.50、「TVTMTS」と略称)お よびテトラアリロキシシラン (分子量:256.37、 「TAOS」と略称)

(D-2)成分---1,3,5,7-テトラメチルシ 40 クロテトラシロキサン (分子量:240.51、「TMST S」と略称)および1,3,5,7-テトラエチルー 2,4,6,8-テトラメチルシクロテトラシラザン (分子量348.78、「TETMSTS」と略称)

【0034】[実施例1~6 および比較例1]以下の各成分を、表2に示すように、(A)成分含有量中のアルケニル基および前記(D-1)成分含有量中のアルケニル基の絵個数に対して、0.4~6.0倍の個数の前記水素原子が前記(B)成分および前記(D-2)成分中に含有されるように、そして(A)~(D)成分の合計重50 量に対して、100ppmの重量の(C)成分を添加して

混合して接着剤組成物(N~U)を得た。

15

【0035】(接着強度その他の測定)上記接着剤組成 物(N~U)を第1のスライドガラス(25mm×50 mm×1.2mm)上に10mg滴下し、直ちに第2の スライドガラスをその上に重ねて接着剤組成物を25 m m×25mmの広さに広げ、これを200℃のホットプ レート上で15分加熱して、第1と第2のスライドガラ スの間の接着層の外観を観察して気泡の発生の有無およ び白濁の有無を調査した。また容積が3m1のガラス製 サンプル瓶に1gの接着剤組成物を入れ、200℃で3 0分間加熱処理して、加熱処理前後の体積を測定し、1 ○○×(加熱前体積-加熱後体積)/(加熱前体積)で 表される体積収縮率(%)を評価した。また上記接着剤 組成物を上記と同様に2枚のスライドガラスの間で広 げ、24時間室温で維持した後に表に示すように室温、 100℃、または200℃で1時間維持した。そしてと の接着層の初期の接着強度[凝集破壊率]を評価するた めに、接着層の両側のガラス板を引っ張り試験機により 反対方向に50 cm/分の速さで引っ張って接着強度 (せん断強度) (N/mm')を測定した。また耐久性 試験として、24時間煮沸した後の接着強度、および上 記煮沸後に85℃の温度で85%の相対湿度に保持した 恒温槽に500時間放置(高温多湿試験)し、上記と同 様に接着強度を測定した。

【0036】 [比較例2] 1.33m7のポリジメチルシロキ サン (PDMS)、35.6m1のメチルトリエトキシシラン (MT ES)、2.67mlのフェニルトリフルオロシラン(PTFS) を、100mlサンプル管に加え(モル比 8:83: 9)、蓋をして室温で5分間攪拌した。混合物を70℃ に加熱し、5.4qの水を加え、30分間激しく攪拌した。 反応混合物は最初は2層に分離していたが均一になっ た。蓋をはずして大気中で1日放置し、溶媒を自然乾燥 し、接着剤組成物を得た。この接着剤組成物について上 記接着剤組成物(N~U)と同様にして、熱処理中の泡の 発生の有無および白濁の有無、体積の収縮、接着強度を 測定した。

*【0037】実施例1~6および比較例1,2について の結果を表3、表4に示す。実施例1~6では、いずれ についても熱処理中に泡の発生が認められず、体積の収 縮は0.1%未満であってどく小さく、また接着強度に ついては初期および煮沸試験後の値は5N/mm'以上 であり、高温多湿試験後の接着強度も4 N/mm'以上 であって良好であった。接着強度試験後の接着層はガラ スとの境界面での破壊は生じず接着層内部に破壊が見ら れた。それに対して比較例1については、接着強度、特 10 に煮沸試験後、および高温多湿試験後の接着強度が不十 分であった。比較例2については、熱処理中に泡が発生 し、ガラスの中央から縁部まで連続した気泡が生じた。 またガス発生に伴い、体積の収縮が大きく、接着強度も 十分ではなかった。接着強度試験後の接着層はガラスと の境界面での破壊は生じていなかったが、接着層内の泡 の存在による接着層内部の破壊および接着層自体の破壊 が観察された。上記の泡の発生は白濁とともに接着層の 光透過性を損じ、接合された光部品の光透過損失の増加 の原因となる。また接着層の体積収縮は、接着すべき光 部品の相互の距離(例えばレンズと他の光部品との接合 20 の場合焦点がずれる)が変化して、光透過損失の原因と なったり、または接着層の内部歪み発生またはクラック 発生の原因となり光部品の光学性質を損じやすくなる。 [0038]

【表1】

	光部品	屈折率
)	光ファイバ (コア) レンズ (中心部) 光導波路 (コア) 光フィルタ	1. 45 1. 59 1. 52
	元ノイルタ	1. 40

[0039] 【表2】

番	接	(A) 反	艾分 	(B) 5	艾分 	(D)成	分 	7ルケニル基総数
号	着 剤 ——	種(使用量 重量%)		使用量 重量%)		用量 重量%)	に対する水素 原子個数の比
実	施例	Ī						
1	N	VPDMS	90	MHS-DMS	7.5	TVTMSTS	2.5	0.9
2	Р	VPDMS	80	MHS-DMS	15	TVIMTS	5.0	0.9
3	Q	VDPhS-DMS	90	MHS-DMS	7.5	TVTMSTS	2.5	1.0
4	R	VPDMS	90	MHS-DMS	7.5	TETMSTS	2.5	0.9
5	S	VPDMS	90	MTFPS	8.0	TMSTS	2.0	1.0
-	T 較例	VDPhS-DMS J	90	MHS-DMS	8.0	TAOS	2.0	1.2

```
特開2002-173661
```

(10)

17 18 1 U VPDMS 98 MHS-DMS 2.0 -- -- 1.1

VPDMS: 末端ピニルポリジメチルシロキサン(粘度:1,000cS、分子量:28,000)

VDPhS-DMS: ピニル末端ジフュニルシロキサンニジメチルシロキサンコポリマー(粘度:5,000cS.分子量:35,

300)

MHS_DMS: メチルトシロキヤン_シ' メチルシロキキンコポ リマー(粘度:25~35cS、分子量:2,000) MTFPS: メチルトリフロオロフ'ロビ ルシロキャン(ジ メチルシロキャン)コポ リマー(分子量:2,000)

TVTMSTS: 1,3,5,7-テトラビニル-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子量:344.66)

TVTMTS: 1,3,5-トリビニル-1,3,5-トリメチルトリシロキサン(分子量:258.50)

TAOS: テトラアリロキシシラン(分子量:256.37)

TMSTS: 1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子量:240.51)

TETMSTS: 1,3,5,7-テトラエチル-2,4,6,8-テトラメチルシクロテトラシラザン(分子量:348.78)

【0040】 【表3】 *【表4】

	接	屈	接着層	収
番	着	折	外観	縮
号	剤	率	_ _	ጁ
			泡 白濁	(%)

20

実施例							
1	N	1.45	なし	なし	0.1未満		
2	P	1.44	なし	なし	0.1未満		
3	Q	1. 50	なし	なし	0.1未満		
4	R	1.44	なし	なし	0.1未満		
5	S	1.45	なし	なし	0.1未満		
6	T	1.50	なし	なし	0.1未満		

比較例

1 U 1.43 なし なし 0.1未満

2 - 1.43 あり あり 60

30

[0041]

*

 1	接	熱処理	せん	せん断強度(N/mm²) 				
番号			初期	煮沸試験後	高温多湿 試験後			
実が	例							
1-1	N	室温	7	7	7			
12	N	100	7	7	7			
1-3	N	200	7	7	7			
2–1	. Р	室温	6	6	6			
2–2	Р	100	6	6	6			
2-3	Р	200	8	8	8			
3–1	. Q	100	5	5	5			
32	Q	200	5	5	5			
4	R	200	5	5	4			
5	S	200	6	5	5			
6	Т	200	5	5	4			

20

19 比較例 2 2 U 200 4 3 2 2

[0042]

* * 【表5】

実施番号		第1の 光部品	第2の 光部品	接着剤	空隙時の出力 (dB·m)	接着硬化後の出力 (dB·m)
7	光	ファイバ	光ファイバ	N	11.5	11.2
8	レ	ンズ	レンズ	Q	11.0	10.1
9	レ	ンズ	光ファイバ	Q	11.7	11.3
10	レ	ンズ	光フィルタ	P	20.4	19.2
11	光	ファイバ	光導波路	Q	15.1	14.8
12	光コ	ファイバ	光導波路型回折格-	₹ T	15.1	14.8

[0043]

※ ※【表6】

	*** 1 ****		144 A& 4641	Ś	長密性
番号	第1の部品	第2の部品	接着剤	初期	煮沸試験 (24時間)後
実施例1		レンズホルダ	N	0	0
実施例1	4 レンズ	フェルール	Q	0	0
比較例3	レンズ	レンズホルダ	比較例2	0	Δ

 $O: <1.0 \times 10^{-10} (Pa \cdot m^3 / s), \Delta: <1.0 \times 10^{-7} (Pa \cdot m^3 / s)$

【0044】[実施例7]

(光ファイバー光ファイバの接合)図1に示すように、 それぞれポリマー被覆層4、コア部2およびクラッド部 3を有する第1および第2の2本の前記シングルモード のガラス製光ファイバ(長さそれぞれ約1m)1,21 のそれぞれ端部を長さ2 c mにわたってポリマー被覆層 4を除去し、それらの端部を約25μmの長さのエアー ギャップを介して突き合わせて光学ベンチ(図示せず) の上で調芯する。波長が1550nmのレーザ光を第1 の光ファイバ1の他の端部から入射させて第1のファイ バ内に通し、第2のファイバ21の他の端部から出射さ せたときの光の損失値が最低になるように、ファイバの 配置を調節した。との状態で、接着剤組成物N(5)を 2本のファイバの間のエアーギャップの位置に塗布し、 ついで室温で2時間静置するか、もしくは、その塗布部 分にドライヤーにより110℃の加熱空気を約5分間当 てて加熱硬化した。接着剤塗布前の当初の光損失値と、 接着剤組成物の塗布、硬化後の光損失値を測定し、その 結果を表5に示す。

【0045】[実施例8]

(レンズーレンズの接合) 図2に示すように、それぞれ

る第1 および第2の2本の前記シングルモードのガラス 30 製光ファイバ(長さそれぞれ約1m、それぞれ一端部の ポリマー被覆層4を除去してある)1,21の一端部を 2個の前記ガラス製マイクロレンズ6,26(「セルフ ォックマイクロレンズSMC18」)の各一端に予め接 着剤25で接合する。との前記マイクロレンズ6,26 の他端部を対向させて光学ベンチ (図示せず) の上で調 芯して、1550nmのレーザ光を光ファイバ1の他端 から入射させて第1のマイクロレンズ6に通し、約25 0μmのエアーギャップを介して、第2のマイクロレン ズ26を通って光ファイバ21の他端から出射させたと 40 きの光損失値が最低になるように、レンズの配置を調節 した。この状態で、接着剤組成物Q(5)を2個のレン ズ6,26の間に塗布し、室温で2時間もしくは、11 0℃の熱風をドライヤーで約5分間当てて加熱硬化し た。最初(接着剤塗布前)の光損失値と接着剤の塗布・ 硬化後の光損失値を測定し、その結果を表5に示す。

【0046】[実施例9]

(レンズ-光ファイバの接合、コリメータモジュールの 作製) 図3に示すように、光ファイバ1の一端部をガラ ス製フェルール7に挿入し、フェルール7端部の凹部に ポリマー被覆層4、コア部2 およびクラッド部3 を有す 50 おいて、あらかじめ接着剤Q(25)を用いて光ファイ

バと固定した。このファイバ付きフェルールと前記ガラ ス製マイクロレンズ6を光学ベンチ上で調芯して、15 **50nmのレーザ光をフェルールに固定された光ファイ** バ1の他端部から入射させて、約250μmのエアーギ ャップを介して、マイクロレンズ6を通って外部へ出射 したときの光損失値が最低になるように、調芯して、レ ンズ6とフェルール7の間に接着剤組成物Q(5)を塗 布し、室温で2時間もしくは、110℃の熱風をドライ ヤーで吹き当て加熱硬化し、コリメータモジュールを作 製した。最初(接着剤塗布前)の光損失値と接着剤の塗 10 布・硬化後の光損失値を測定し、その結果を表5に示 す。

【0047】[実施例10]

(レンズ-フィルタの接合) 上記レンズ-レンズの接合 の実施例8において、第1のレンズの代わりに、前記フ ィルタ8と前記レンズ6をあらかじめ固着したフィルタ 付きのレンズを用いたことと、接着剤Qの代わりに接着 剤組成物P(5)を使用した以外は実施例8と同様にし て、図4に示すようにレンズとフィルタを接合した。接 着剤塗布前の光損失値と接着剤の塗布・硬化後の光損失 20 値を測定し、その結果を表5に示す。

[0048] [実施例11]

(ファイバーと光導波路の接合) 図5に示すように、ポ リマー被覆層4、コア部2およびクラッド部3を有する 前記シングルモードのガラス製光ファイバ(長さそれぞ れ約1m)1の端部を長さ2cmにわたってポリマー被 覆層 4 を除去し、接着剤11により導波路のV字溝の上 に固定し、その端部を、前記光導波路素子14の光導波 路コア9の端部に、約25μmの長さのエアーギャップ を介して突き合わせて調芯する。波長が1550nmの レーザ光を第1の光ファイバの他の端部から入射させて 第1のファイバ内に通し、光導波路のコアの他の端部か ら出射させたときの光の損失値が最低になるように、光 ファイバ1の配置を調節し、接着剤Qを光ファイバ1の 端面と光導波路のコア9端面の間のエアーギャップの位 置に塗布し、ついで室温で2時間静置するか、もしく は、その塗布部分にドライヤーにより110℃の加熱空 気を約5分間当てて加熱硬化した。接着剤塗布前の当初 の光損失値と接着剤組成物の塗布、硬化後の光損失値を 測定し、その結果を表5に示す。

【0049】[実施例12]

(ファイバー・光導波路型回折格子の接合) 実施例11 で用いた光導波路素子の代わりに前記導波路型回折格子 を用い、そして実施例11で用いた接着剤組成物Qの代 わりに接着剤組成物Tを用いた以外は実施例11と同様 にしてファイバーと光導波路型回折格子の接合を行い、 実施例11と同様に測定し、その結果を表5に示す。

【0050】[実施例13]

(レンズ – レンズホルダーの接合)図6に示すように上 記曲面レンズ9を、ステンレス製レンズホルダー(日本 50 5の間の隙間に接着剤S(28)を上記と同様に浸透お

板硝子株式会社製「SF20T」)13にはめ込んで曲 面レンズの外周部とレンズホルダーの隙間に接着剤組成 物N(5)を含浸させて、室温で2時間もしくは、11 0 ℃の熱風をドライヤーで吹き当て加熱硬化させた接着 剤でレンズとホルダーを接合した。この接合体につい て、24時間煮沸する前の気密性(初期気密性)と、煮 沸後の気密性を評価した。気密性試験は、レンズホルダ ーの片側空間を5Pa以下に減圧し、レンズホルダーの 他方空間にHeガスを供給し、曲面レンズとレンズホル ダーの間の接着層部分を通じて減圧空間に漏れ出るH e ガスの量をガス検出器で測定して、その値が 1. 0×1 O-1º (Pa·m³/s) 未満であれば気密性(ハーメチッ クシール性)優秀(○)、上記値以上で1.0×10⁻′ (Pa·m³/s) 未満あれば気密性良好(△)、1.0 × 1 0 - ′ (Pa·m³ / s) 以上であれば気密性不良 (×) と判定した。その結果は表6に示すように、初期 気密性および煮沸後の気密性はともに優秀であった。 [0051][実施例14]

(レンズーフェルールによる接合) 実施例8において、 レンズ6、26の間に接着剤組成物Qを塗布する代わり に、図7に示すように、レンズ6,26およびステンレ ス製フェルール12の間の空間に接着剤組成物Q(5) を塗布充填して接合する以外は、実施例8と同様にして レンズ同士を接合した。この接合体を、実施例13と同 様にして、煮沸試験前後で上記気密性試験により評価し た。その結果は、表6に示すように、初期気密性および 煮沸後の気密性はともに優秀であった。

[0052] [実施例15]

(光ファイバーレンズースリーブによる接合) 前記ガラ ス製マイクロレンズを石英製の円筒状ホルダーの中には めこみ、レンズとホルダーの間に接着剤Rを浸透させ て、室温で2時間もしくは、110℃の熱風をドライヤ ーで吹き当て加熱硬化させる。このホルダー付きレンズ の一方端面を研磨して光軸に対する垂直面から8度傾斜 する端面を形成し、その端面の上にシリカ薄膜およびチ タニア薄膜からなる多重の反射防止膜を形成する。実施 例9と同様にして、ファイバ付きフェルールを準備す る。とのファイバ付きフェルールの端面を上記と同様に 傾斜加工し、そしてその上に反射防止膜を形成する。図 8 に示すように、ステンレス (SUS) 製またはジルコニ ア製の円筒状スリーブ15の中にホルダー13付きレン ズ16とファイバ22付きフェルール17を、これらの 反射防止膜18、19付き傾斜端面22,23が250 μmの間隔dを隔てて両端面が平行になるように配置し て、光学ベンチ(図示せず)上で調芯する。ホルダー付 きレンズ16とスリーブ15の間の隙間に接着剤S(2 7) を毛管現象により浸透させて、室温で2時間もしく は、110℃の熱風をドライヤーで吹き当て加熱硬化さ せる。ついでファイバ付きフェルール17とスリーブ1

(13)

23

24

よび硬化させて、光ファイバとレンズをスリーブを介して接合した。この接合体を、実施例13と同様にして、煮沸試験前後で上記気密性試験により評価した。その結果は、煮沸試験前後とも、H e ガス量の値は 1.0×10^{-10} ($Pa\cdot m^3/s$)未満であり、初期気密性および煮沸後の気密性はともに優秀であった。

【0053】[実施例16]ビニル末端ポリジメチルシロキサン(分子量:28,000, 粘性1000cS、以下「DMS-V31」という)20g、白金-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体15mgを撹拌し、均一溶液を得た。この溶液0.8 gに、1,3,5,7-テトラビニル-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン 1.8gを加え、撹拌後、ビニル末端ポリジメチルシロキサン(分子量:49,500, 粘性5000cS)1.8g、DMS-V315.4gを加え撹拌し、主剤とした。上記主剤0.5gに対し、メチルヒドロシロキサン-ジメチルシロキサンコポリマー0.2gを添加したものを接着剤とした。

【0054】との接着剤を上述と同様にスライドガラスに塗布し、150°Cにおいて30分加熱することにより、スライドガラス同士の接着を試みたところ、4.7N/mm³の強 20度が得られた。さらに、ブライマーとして、テトラエトキシシラン/ビニルトリエトキシシラン/テトラブトキシチタン/ヘキサン=1/0.5/0.5/10(重量比)の組成からなる溶液をスライドガラスに塗布後、上記接着剤を用いてスライドガラスの接着を行ったところ、強度は5.3N/mm³であり、プライマーなしの場合よりもさらに、強度が上昇した。

【0055】[比較例3]実施例13において使用した接着剤組成物Nの代わりに、比較例2で得られた接着剤組成物を使用して接合する以外は、実施例13と同様にしてレンズとホルダーを接合した。そしてこの接合体を実*

* 施例13と同様にして、煮沸試験前後で上記気密性試験 により評価した。その結果は表6に示すように、初期気 密性の気密性は優秀であったが、煮沸後の気密性は実施 例13よりも劣っていた。

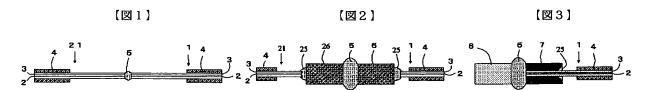
[0056]

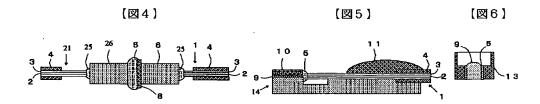
【図面の簡単な説明】

- 【図1】 本発明の1実施例を示す断面図。
- 【図2】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図3】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図4】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図5】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図6】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図7】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図8】 本発明の他の実施例を示す断面図。 【符号の説明】

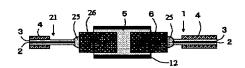
1、21 光ファイバ

- 2 光ファイバのコア
- 3 光ファイバのクラッド
- 4 ポリマー被覆層
- 5 接着層
- 6、26 レンズ
- 7 フェルール
- 8 フィルタ
- 9 光導波路のクラッド
- 10 光導波路のコア

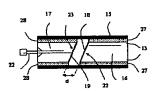




[図7]



【図8】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

FΙ

テーマコード(参考)

G 0 2 B 6/12

6/255

7/00

G 0 2 B

F Z

6/12 6/24

7/00

301

(72)発明者 山本 博章

大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本

板硝子株式会社内

Fターム(参考) 2H036 LA07 MA03 QA23

2H043 AE02

2H047 KB09 LA24 MA05 QA07

2H049 AA02 AA62 AA68

4J040 EK041 EK071 EK091 GA13

GA32 HD30 HD36 HD43 KA14

LA06 LA08 MA01 MA02 MA05

MA10 NA17

```
【公報種別】公開特許公報の訂正
【部門区分】第3部門第3区分
【発行日】平成14年10月3日(2002.10.3)
【公開番号】特開2002-173661 (P2002-173661A)
【公開日】平成14年6月21日(2002.6.21)
【年通号数】公開特許公報14-1737
【出願番号】特願2001-275920 (P2001-275920)
【訂正要旨】分類誤載につき下記の通り訂正する。
[記]
【国際特許分類第7版】
【誤】
 C09J183/07
    183/05
    183/08
 G02B 5/18
     6/00
          306
     6/12
     6/255
     7/00
            F
【正】
 C09J183/07
   183/05
   183/08
 G02B 5/18
     6/12
     6/255
     7/00
            F
```

THIS DACE DI CALL DISPTO)

.

. . . .